

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **11241088 A**

(43) Date of publication of application: **07 . 09 . 99**

(51) Int. Cl

C10M175/00
A01N 25/00
A01N 25/04
A01N 25/08
A01N 25/10
A01N 59/12
C10M173/00
C10M175/02
C10M175/04
C10M177/00
// C10N 30:16
C10N 60:08
C10N 70:00

(21) Application number: **10337549**

(22) Date of filing: **27 . 11 . 98**

(30) Priority: **28 . 11 . 97 DE 97 19752899**

(71) Applicant: **BASF AG SCHENK FILTERBAU GMBH**

(72) Inventor: **LANG SIEGFRIED DR**
FUSSNEGGER BERNHARD
OECHSLE DIETMAR DR
FEIFEL KLAUS HELMUT DR
ZEILER MARTIN

(54) TREATING METHOD FOR PROTECTING COOLING LUBRICANT FROM ATTACK OF MICROORGANISM

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To sterilize a large amt. of a cooling lubricant by bringing it into contact with a filter cake, as a filter medium, comprising a particulate crosslinked polyvinylpyrrolidone/iodine complex.

SOLUTION: A contaminated cooling lubricant being supplied at a flow rate of 100-50,000 l/min is mixed under stirring with a suspension contg. 1-30 wt.%

particulate crosslinked polyvinylpyrrolidone/iodine complex in an amt. of 0.5200 ml per l of the lubricant. After 1-300 sec, the lubricant is introduced into a filtration apparatus where the complex is deposited as a filter cake with a height of 0.1-100 mm on a filter support having a pore width of 10-100 μ m. The lubricant is caused to pass through within a contact time of 10 sec and impurities are thus separated. The complex has an iodine content of 1-22 wt.%, a free iodine content of 0.2-6 ppm, an average particle size of 80-120 μ m. and a specific surface area of 0.8-6 m²/g and is used as a filter medium.

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-241088

(43) 公開日 平成11年(1999) 9月7日

(51) Int.Cl. ⁶	識別記号	F I	
C 1 0 M 175/00		C 1 0 M 175/00	
A 0 1 N 25/00	1 0 2	A 0 1 N 25/00	1 0 2
25/04	1 0 2	25/04	1 0 2
25/08		25/08	
25/10		25/10	
審査請求 未請求 請求項の数17 O L (全 5 頁) 最終頁に続く			
(21) 出願番号	特願平10-337549	(71) 出願人	590001212
(22) 出願日	平成10年(1998)11月27日		ビーエーエスエフ アクチエンゲゼルシャ フト
(31) 優先権主張番号	1 9 7 5 2 8 9 9 . 6		ドイツ連邦共和国 ルートヴィッヒスハー フェン カーラーボッシュェーストラーセ
(32) 優先日	1997年11月28日		38
(33) 優先権主張国	ドイツ (D E)	(71) 出願人	598167051
			シエンク フィルターバウ ゲゼルシャフ ト ミット ベシュレンクテル ハフツン グ
			ドイツ連邦共和国 ヴァルトシュテッテン (番地なし)
		(74) 代理人	弁理士 矢野 敏雄 (外3名)
			最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 微生物の攻撃を防止するための冷却潤滑剤の処理法

(57) 【要約】

【課題】 微生物の攻撃を防止するための冷却潤滑剤の
処理法

【解決手段】 殺菌物質としてクロスポビドン-ヨウ素
を用いて、微生物による攻撃を防止するために冷却潤滑
剤を処理する方法において、濾過材として、主に粒子状
クロスポビドン-ヨウ素からなるフィルタケーキに、処
理される冷却潤滑剤を接触させることを特徴とする。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 殺菌物質としてクロスボビドナーヨウ素を用いて、微生物による攻撃を防止するために冷却潤滑剤を処理する方法において、濾過材として、主に粒子状クロスボビドナーヨウ素からなるフィルタケーキに、処理すべき冷却潤滑剤を接触させることを特徴とする、微生物の攻撃を防止するための冷却潤滑剤の処理法。

【請求項2】 クロスボビドナーヨウ素の懸濁液を、フィルタ装置の上流で処理すべき汚染された冷却潤滑剤に計量しながら供給する請求項1記載の方法。

【請求項3】 クロスボビドナーヨウ素を、処理すべき冷却潤滑剤に攪拌して入れ、1秒～300秒の時間作用させた後に、濾過装置に供給する請求項1記載の方法。

【請求項4】 フィルタケーキをフィルタ支持体上に堆積することによりその場で形成する請求項1から3までのいずれかに記載の方法。

【請求項5】 懸濁液が1～30重量%のクロスボビドナーヨウ素を含む請求項1または2記載の方法。

【請求項6】 冷却潤滑剤1リットル当たり0.5～200mlの懸濁液を添加する請求項1または2記載の方法。

【請求項7】 ベルトフィルタ装置を用いて実施する請求項1から6までのいずれかに記載の方法。

【請求項8】 プレコート濾過のためのキャンドルフィルタ装置を用いて実施する請求項1から6までのいずれかに記載の方法。

【請求項9】 水平フィルタ装置を用いる請求項1から8までのいずれかに記載の方法。

【請求項10】 砂礫層フィルタを用いる請求項1から8までのいずれかに記載の方法。

【請求項11】 フィルタプレスを用いる請求項1から6までのいずれかに記載の方法。

【請求項12】 クロスボビドナーヨウ素が0.1～1000 μ mの範囲の粒度を有する請求項1から9までのいずれかに記載の方法。

【請求項13】 クロスボビドナーヨウ素が2～400 μ mの範囲の粒度を有する請求項1から12までのいずれかに記載の方法。

【請求項14】 クロスボビドナーヨウ素が80～120 μ mの範囲の粒度を有する請求項1から13までのいずれかに記載の方法。

【請求項15】 クロスボビドナーヨウ素の有効ヨウ素含量が1～22重量%である請求項1から14までのいずれかに記載の方法。

【請求項16】 クロスボビドナーヨウ素の有効ヨウ素含量が9～20重量%である請求項1から15までのいずれかに記載の方法。

【請求項17】 クロスボビドナーヨウ素の有効ヨウ素含量が15～18重量%である請求項1から16までのいずれかに記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、殺菌物質としてクロスボビドナーヨウ素を用いる微生物の攻撃を防止するための冷却潤滑剤の処理法に関する。

【0002】

【従来の技術】冷却潤滑剤の使用は、多くの工業分野、特に金属処理工業において不可欠である。冷却潤滑剤を使用しなければ、現在の非常に効率的な機械加工の実施は不可能であろう。潤滑剤組成物は、絶えず増え続ける要求に応じて変更すると共に、適切にその要求に合わせる必要がある。

【0003】冷却潤滑剤という用語は、一般に、様々な特性と機能を有する液状炭化水素化合物の形態をとった基本的な流体を意味し、その用途に応じてその他の物質を含有する。従って、DIN 51385号において、冷却潤滑剤は、その用途に応じて定義され、分類されている。実際には、通常、冷却潤滑剤を水に混和するものと水に混和しないものとに分類することで十分である。

【0004】冷却潤滑剤に用いられる基本物質は、鉱油および天然原料油である。

【0005】鉱油は、パラフィン炭化水素、ナフテン系炭化水素および芳香族炭化水素から主として成る。

【0006】天然原料油は、トリグリセリドの他に、例えば、遊離脂肪酸、りん酸塩、蛋白質、炭水化物、ワックス、着色剤または芳香族含有炭化水素の様な付随物質も含有している。これらの好ましくない付随物質の大部分は、精製により除去される。例えば、トコフェロールの様な天然阻害物質も精製により除去される。

【0007】冷却潤滑剤は、使用特性を改善するために、接着促進剤、乳化剤、消泡剤の様な添加剤、高圧潤滑用添加剤、腐蝕防止剤、洗剤および粘度指数向上剤も含有している。

【0008】水混和性冷却潤滑剤は、微生物の攻撃に絶えずさらされる。適切に行われた操業においてさえ、細菌、酵母菌、またはその他の真菌類の増殖を阻止することは実質的に不可能である。微生物増殖は、更に、混水、工具および機械の表面、作業員の皮膚および衣服を通じて、または空気から直接起きる。

【0009】しかるに、微生物は、冷却潤滑剤の機能を著しく損なう。この機能の喪失は、増殖の程度に応じて、臭気の生成、pHの低下、腐蝕防止特性の低下、分散度の変化およびそれによる濾過特性の変化およびエマルジョンの不安定度として現れる。冷却潤滑剤は、これらにより急速に使用不能になる。

【0010】微生物による攻撃を防止するため、冷却潤滑剤は、今まで通常、殺菌防腐剤、例えば、ホルムアルデヒド供与体と混合しなければならなかった。しかし、この方法の不利な点は、こうした防腐剤のアレルゲン誘発および有毒の可能性である。

【0011】汚染された冷却潤滑剤を処理するために一般に用いられる別の方法は、珪藻土／バーライトまたはその他の濾過助剤、例えば、純粋な架橋ポリビニルピロリドン（PVP）からなるフィルタに、汚染された冷却潤滑剤を通すことである。しかし、この方法は、滅菌効率の点で不満足である。

【0012】ドイツ特許出願 P 19620084、9号は、深層フィルタにおける冷却潤滑剤の処理を記載している。この場合、深層フィルタでは、例えば、クロス

【0013】

【発明が解決しようとする課題】本発明の課題は、大量の処理量も可能にする冷却潤滑剤の滅菌のための改善された方法を見出すことである。

【0014】

【課題を解決するための手段】前記課題は、殺菌物質としてクロスボビドンーヨウ素を用いて、微生物による攻撃を防止するために冷却潤滑剤を処理する方法により解決されることが見出された。この場合、冷却潤滑剤は、濾過材として、主に特定のクロスボビドンーヨウ素からなるフィルタケーキに接触する。

【0015】クロスボビドンーヨウ素とは、本発明により用いられる、架橋ポリビニルピロリドン（PVP）、クロスボビドン）とヨウ素との錯体を意味する。この錯体におけるヨウ素結合は、遊離ヨウ素と平衡にある。活性成分を表す遊離ヨウ素は、0.2～6ppm、好ましくは2～4ppmの濃度範囲において錯体のヨウ素プールから連続的に補給される。

【0016】この錯体におけるヨウ素結合の量は異なってもよい。本発明による好適な製品は、1～22重量%、好ましくは、9～20重量%、特に好ましくは15～18重量%の有効ヨウ素含量を有する。クロスボビドンーヨウ素の粒度は、0.1～1000 μ m、好ましくは2 μ m～400 μ mの範囲である。平均粒度は、好ましくは、80 μ m～120 μ mである。比表面積は、0.8～6m²/g、好ましくは1.2～1.5m²/gである（BET法）。

【0017】濾過材は、主として純粋な粒子状クロスボビドンーヨウ素からなる。珪藻土、バーライトまたはセルロース繊維の様な従来の濾過助剤を省くことが可能である。しかし、濾過効果に関して、濾過材内の流量に影響を与えるため、フィルタベッド内に、特にガラス、セラミック、焼結材料の球形形成品、または金属のボールの様な不活性な材料を導入することが好ましいことがある。

【0018】微生物による攻撃を防止するための処理の

場合、冷却潤滑剤は、濾過材の堆積層に接触される。濾過材、すなわち、フィルタケーキのこれらの堆積層は、用いられる濾過装置の形式に応じて、垂直、水平、円筒または平らに構成できる。フィルタケーキの高さは、0.1～100mm、好ましくは40～50mmであってもよい。装置が複数のフィルタ部材を備える場合、フィルタ部材の間隔はベッドの高さを規定する。

【0019】濾過材の堆積層は、最初から導入するか、または方法の進行中に形成することができる。第2の場合、汚染された冷却潤滑剤を、クロスボビドンーヨウ素の均質化された懸濁液と混合する。懸濁液は、1～30重量%、好ましくは5～25重量%、特に好ましくは10～15重量%の量のクロスボビドンーヨウ素を含有する。懸濁液は、計量ポンプを用いて冷却潤滑剤に添加することができる。この懸濁液の添加量は、冷却潤滑剤1リットル当たり0.5～200ml、好ましくは1～3ml、特に好ましくは処理される冷却潤滑剤1リットル当たり、1.5～2.5mlである。懸濁液と混合された使用済みの冷却潤滑剤は、その後、濾過材がフィルタケーキとして堆積され、フィルタケーキを冷却潤滑剤が通過可能である適切な濾過装置を通過する。

【0020】クロスボビドンーヨウ素は、好ましくは処理される冷却潤滑剤に攪拌して入れ、1秒～300秒の時間後に濾過装置に導入する。

【0021】適切な濾過装置は、ベルトフィルタ、キャンドルフィルタ、または深層フィルタの様な水平フィルタ等の公知の装置である（ウルマン（Ullmann）の工業化学エンサイクロペディア、第5版、B巻2、10章、26～37頁参照）。

【0022】ベルトフィルタは、通常のコムベヤベルトと同等のもので、ベルトがロール上で前方に搬送する。濾過材および冷却潤滑剤のスラリーまたは懸濁液は、上からベルト上に導入され、冷却潤滑剤濾液は、ベルトの端で流れ出るか、または除去される。こうしたベルトフィルタは、重力下で、減圧下で、または加圧下で運転できる。減圧を用いる場合、0.1～0.5バールの運転圧力が好ましい。加圧下での場合、運転圧力は、最高1.5バールまででよい。

【0023】クロスボビドンーヨウ素は、前記したように、冷却潤滑剤中に計量しながら供給され、冷却潤滑剤はベルトフィルタ上に堆積されたケーキを介して処理され、不純物と分離される。この方法での流量は、100～500、000l/分であってもよい。有効濾過面積は、0.3～0.4m²であってもよい。連続のナイロンまたはセルロース繊維ウェブのベルトは、フィルタ支持体として適切である。フィルタ支持体の孔幅は、通常、10～100 μ mの範囲である。フィルタケーキは、0.1～50mmの高さに達してもよい。この方法での接触時間は、10秒未満である。

【0024】キャンドルフィルタも、本発明による方法

のためのプレコート濾過に適切である。キャンドルフィルタは、通常、管状部材から成り、複数の管状部材を連結することが可能である。処理される物質は、管状系を通過して流れる。濾過材は、適切な支持体により保持される。

【0025】濾過材の浅い堆積層が適切なフィルタ支持体上に設けられる水平フィルタも適切である。複数のフィルタ部材を相互に重ねることが更に可能である。従って、例えば、150個までのフィルタ部材を相互に配列して、フィルタタワーを形成することができる。

【0026】これらの形式のフィルタでの運転圧力は、0.1～6バールであってもよく、流量は、100～500001/分であってもよい。有効濾過面積は、1～150m²であってもよい。孔幅が1～100μmの範囲であるプラスチックまたはステンレススチール製の織物がフィルタ支持体として適する。フィルタケーキの高さは、一般に、0.2～20mmである。堆積層がその場で形成される場合、フィルタケーキの高さが増加するにつれて、圧力は増加する。

【0027】例えば、砂礫層フィルタの様な深層フィルタを本発明により用いることも可能である。これらの形式のフィルタに用いられるフィルタ支持体は、クロスポビドン-ヨウ素粒子および1μmより大きい粒度を有する不純物を保持する砂礫、通常は珪砂の床である。床が詰まった後、フィルタを底から上部まで洗い流すことができ、その時に床の成分より低比重の粒子、すなわちPVPP-ヨウ素を含めた粒子は洗い流され、廃棄される。

【0028】フィルタプレスも、本発明による方法を実施するのに適する。

【0029】この方法を用いるために、汚染された冷却潤滑剤を冷却潤滑剤の循環から連続的に抜取り、濾過装置に供給し、滅菌後、冷却潤滑剤の循環に戻すことが可能である。既に記載したように、クロスポビドン-ヨウ素は、適切な個所で、処理される汚染された冷却潤滑剤中に連続的に計量しながら供給され、その後適切な装置において濾過材の堆積層をその場で形成することができる。但し、汚染された冷却潤滑剤は、事前に設けられたフィルタベッドを通過することもできる。

【0030】本発明による方法を用いて、単純で効率的な方式で大容量の冷却潤滑剤も滅菌することができる。滅菌効率は、濾過材として珪藻土/パーライト混合物または純粋なPVPPを有する従来のフィルタと比較することにより、明確に改善されている。

*

100%クロスポビドン-ヨウ素⁺⁾の堆積層
PVPPの堆積層
珪藻土/パーライトの堆積層

LRV

9

1

2

^{+) 105μmの平均粒子直径、17506重量%の有効ヨウ素含量、および1.}

*【0031】

【実施例】実施例1

ベルトフィルタ上の堆積層（メーゲル（Magerle）から供給された）

運転圧力：大気圧

流量：10001/分

有効フィルタ面積：2m²

フィルタ支持体：ナイロンの連続ベルト、孔幅、50μm

10 濾過材の量：クロスポビドン-ヨウ素3g/lの冷却潤滑剤

フィルタケーキの高さ：15mm

接触時間：10秒未満

実施例2

水平フィルタ上の堆積層（シェンク・フィルタbau（Schenk Filterbau GmbH）から供給された形式 ZHF 130 D4）

運転圧力：0.1～6.0バール

流量：15001/分

20 有効フィルタ面積：100m²

フィルタ支持体：ステンレススチールの織物、孔幅、55μm

濾過材の量：クロスポビドン-ヨウ素4g/lの冷却潤滑剤

フィルタケーキの高さ：最大45mm；初期堆積層3mm

接触時間：4分

細菌を含む冷却潤滑剤の滅菌

この方法で製造した濾過材の堆積層を、試験方法4.2

30 「深層濾過に関する欧州技術協会内の技術/分析グループの滴定量減少」に基づいて、10⁷微生物/mlを含有する鉱油ベースの冷却潤滑剤（バントレオン（Bantleon）から供給されたAvilub Metacon（登録商標）BLU）で検証した。この試験方法は、DIN 58355号、3部、「膜フィルタの細菌保持能力」に基づいている。

【0032】実施した試験において、製造例により製造された堆積層を、クロスポビドン-ヨウ素を純粋のPVPPまたは珪藻土/パーライト混合物で置換えた同じ堆積層と比較した。

【0033】結果をLRV（LRV＝対数減少値）で示した。

【0034】

38 m²/g の比表面積を有する PVPP-I₂

これは、100 ml の未濾過材料が 10⁹ の微生物で汚染されているとしても、20 cm² の濾過面積を有する 100% クロスボビドン-ヨウ素の堆積層が無菌濾液を生成させることを意味する。同じ汚染の場合、PVPP 堆積層は、100 ml 中に 10⁸ の微生物を有する濾液を生成し、珪藻土およびパーライトの堆積層は、100 ml 中に 10⁷ の微生物を有する濾液を生成する。従って、クロスボビドン-ヨウ素の堆積層は、従来の濾過助剤の堆積層より 10 の 7 乗良い滅菌効率を有する。

【0035】糸状菌胞子を含む冷却潤滑剤の滅菌有機ポリマーをベースとし、糸状菌胞子を含む冷却潤滑剤（オーメタ（Oemeta）から供給された Oemeta HF AS）を用いて、前記した試験方法により検証を行った。再び、クロスボビドン-ヨウ素の堆積層を、対応する PVPP および珪藻土/パーライト堆積層と比較した。

【0036】

*

LRV

100% クロスボビドン-ヨウ素⁺ の堆積層

7

PVPP の堆積層

2

珪藻土/パーライトの堆積層

3

* +) 52 μm の平均粒子直径、10.7 重量% の有効ヨウ素含量、および 2.3 m²/g の比表面積を有する PVPP-I₂、

これは、100 ml の未濾過材料が 10⁷ の微生物で汚染されているとしても、20 cm² の濾過面積を有する クロスボビドン-ヨウ素の堆積層が無菌濾液を生成させることを意味する。同じ汚染の場合、PVPP 堆積層は、100 ml 中に 10⁶ の微生物を有する濾液を生成し、珪藻土およびパーライトの堆積層は、100 ml 中に 10⁴ の微生物を有する濾液を生成する。これは、クロスボビドン-ヨウ素の堆積層が 10 の 4 乗良い滅菌効率を有することを意味する。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁶

識別記号

F I

A 01 N 59/12

A 01 N 59/12

C 10 M 173/00

C 10 M 173/00

175/02

175/02

175/04

175/04

177/00

177/00

// C 10 N 30:16

60:08

70:00

(72) 発明者 ズィークフリート ラング
ドイツ連邦共和国 ルートヴィッヒスハー
フェン トーマス-マン-シュトラッセ
22

(72) 発明者 ベルンハルト フスネガー
ドイツ連邦共和国 キルヴァイラー フォ
ン-フッテン-シュトラッセ 1 ※

※ (72) 発明者 ディートマー エクスレ
ドイツ連邦共和国 シュヴェービッシュ
グミュント コンラート-アーデナウアー
-シュトラッセ 11

(72) 発明者 クラウス ヘルムート ファイフェル
ドイツ連邦共和国 シュヴェービッシュ
グミュント メトランガー ヴェーク 5

40 (72) 発明者 マーティン ツァイラー
ドイツ連邦共和国 ヴァルトシュテッテン
ブライト シュトラッセ 28